

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-323218

(43) 公開日 平成11年(1999)11月26日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

C 0 9 D 11/00

識別記号

F I

C 0 9 D 11/00

審査請求 未請求 請求項の数 3 OL (全 40 頁)

(21) 出願番号 特願平11-71754

(22) 出願日 平成11年(1999)3月17日

(31) 優先権主張番号 0 4 6 8 5 2

(32) 優先日 1998年3月24日

(33) 優先権主張国 米国 (U S)

(71) 出願人 590000798

ゼロックス コーポレイション

XEROX CORPORATION

アメリカ合衆国 06904-1600 コネティ

カット州・スタンフォード・ロング リッ

チ ロード・800

(72) 発明者 カート ピー ガンドラッチ

アメリカ合衆国 14450 ニューヨーク州

フェアポート ヘイブンウッド ホロー

34

(74) 代理人 弁理士 中島 淳 (外1名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 インク組成物

(57) 【要約】

【課題】 インクジェット印刷用のインク組成物の耐水性及び耐スミア性を改良する。

【解決手段】 水と、アニオン染料と、ポリジアリルアノニウム化合物、ポリ第4級化ポリビニルアミン、及びポリ第4級化ポリアリルアミン等のポリ第4級アミン化合物と、を含む。ポリ第4級アミン化合物はインク中で染料と錯体を形成する。

BEST AVAILABLE COPY

(2)

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 水と、アニオン染料と、ポリジアリルアンモニウム化合物、ポリ第4級化ポリビニルアミン、ポリ第4級化ポリアリルアミン、及びその混合物から成る群より選択されるポリ第4級アミン化合物と、を含むインク組成物。

【請求項2】 水と、ポリジアリルアンモニウム化合物、ポリ第4級化ポリビニルアミン、ポリ第4級化ポリアリルアミン、及びその混合物から成る群より選択されるポリ第4級アミン化合物と錯体化されたアニオン染料を含む着色剤と、を含むインク組成物。

【請求項3】 水と、アニオン染料と、ポリジアリルアンモニウム化合物、ポリ第4級化ポリビニルアミン、ポリ第4級化ポリアリルアミン、及びその混合物から成る群より選択されるポリ第4級アミン化合物と、を混合することによって調製されるインク組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明はインク組成物並びにその調製及び使用プロセスに関する。更に詳細には、本発明はインクジェット印刷プロセスでの使用に適した組成物に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 米国特許第5、250、107号は、耐水性のインク組成物及びその製造方法を開示する。引き抜き可能な水素原子を持つ少なくとも1つの官能基（例えば、 $-COOH$ 、 $-NH_2$ 、又は $-OH$ ）を有する選択された化学染料は、アンモニウムジルコニウムポリマー塩（例えば、アンモニウムジルコニウム炭酸塩、アンモニウムジルコニウム酢酸塩、アンモニウムジルコニウム硫酸塩、アンモニウムジルコニウムリン酸塩、及びアンモニウムジルコニウムシウ酸塩）と化合する。得られた混合物は、約0.01～5.0重量%のアンモニウムジルコニウムポリマー塩と、約0.5～5.0重量%の化学染料と、を含有するのが好ましい。混合物の脱水の際、アンモニウムジルコニウムポリマー塩及び化学染料は、安定性及び耐水性の架橋された染料錯体を形成する。混合物は、サーマルインクジェット又は他の印刷システムを用いて種々の基体（例えば紙）上へ分配することができる。

【0003】 米国特許第4、267、088号はマーキングインクとして特に有用なコーティングを開示する。ここでは、エピクロロヒドリン変性ポリエチレンイミン及びエチレンオキシド変性ポリエチレンイミンが水溶液中で協働し、多くの材料に付着性で多くの有機溶媒に耐性であるが水で容易に除去可能な付着物を形成する応用が可能な組成物を形成する。

【0004】 米国特許第4、197、135号は、水溶性染料と、1分子当たり7個以上の窒素原子を有するポリアミンと、を含むインクジェットプリンタで使用する

2

ためのインクを開示する。インク組成物のpHは8以上であり、pHの上限は染料の分解次第である。インクは、ポリアミン添加剤を用いない同等のインク調合物よりも耐水性が改良されている。

【0005】 米国特許第4、659、382号は、多量の水と、ヒドロキシエチル化ポリエチレンイミンポリマーと、染料成分と、を含むインクジェットインク組成物を開示する。ポリマーには、約6.5乃至約8.0重量パーセントのヒドロキシエチル基が取り込まれている。

【0006】 米国特許第5、091、005号は、約4重量%乃至約10重量%のホルムアミドと、約1重量%乃至約10重量%の染料と、バランスの水と、を含むインクを開示する。インクジェットプリンタから紙上へ印刷されると、特に約3.7kHzまでの速度で印刷された場合に耐ブリード性が改良されている。

【0007】 米国特許第4、961、785号は、約1.5乃至5.0%、好ましくは約2.0%乃至約3.0%のホルムアミドを含む場合に改良された耐スミア性を有するインクジェット印刷用インクを開示する。

【0008】 特開昭57-198768号は、酸性染料及び／又は直接染料、カチオン水溶性樹脂、水溶性有機溶媒、並びに水から製造される水ベース型のインクを開示する。

【0009】 既知の組成物及びプロセスはその意図された目的には適するが、インクジェット印刷プロセスに適する改良されたインク組成物がなお必要とされている。更に、耐水性（waterfastness）が改良されたインク組成物が必要とされている。更には、耐ウェットスミア性（wet smear resistance）が改良されたインク組成物が必要とされている。また更に、2つ以上の色が互いに隣接して印刷される場合に色彩間のブリードが減少されたインク組成物が必要とされている。また、カチオンポリマーと錯体化された場合に鮮かな色彩、低コスト、及び高耐水性等の利点を可能にする酸性染料を含むインクジェット印刷用のインク組成物が必要である。また、貯蔵安定性が改良されたインク組成物が必要である。更に、噴射特性が改良されたインク組成物が必要である。更には、優れた耐スミア性を示すインク組成物が必要である。また、熱安定性のインク組成物が必要とされている。また更に、凍結／解凍安定性を示すインク組成物が必要とされている。更に、インクジェット印刷プロセスでの使用に適し、比較的低い粘度を有するインク組成物が必要とされている。更に、耐光性が改良されたインク組成物が必要とされている。

## 【0010】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、上記の利点を有するインク組成物を提供することである。

## 【0011】

【課題を解決するための手段】 本発明（又はその特定の実施の形態）のこれらの及び他の目的は、水と、アニオ

(3)

3

ン染料と、ポリジアリルアンモニウム化合物、ポリ第4級化ポリビニルアミン、ポリ第4級化ポリアリルアミン及びその混合物から成る群より選択されるポリ第4級アミン化合物と、を含むインク組成物を提供することによって達成できる。

## 【0012】

【発明の実施の形態】本発明のインクは、水性液体ビヒクル、アニオン染料、及びポリ第4級アミン化合物を含む。液体ビヒクルは水だけで構成されてもよいし、あるいは、水と、エチレンギリコール、プロピレングリコール、ジエチレンギリコール、グリセリン、ジプロピレングリコール、ポリエチレンギリコール、ポリプロピレングリコール、アミド、エーテル、尿素、置換尿素、エーテル、カルボン酸及びその塩、エステル、アルコール、有機スルフィド、有機スルホキシド、スルホン（スルホラン等）、アルコール誘導体、カルビトール、ブチルカルビトール、セルソルブ（cellusolve）、トリプロピレングリコールモノメチルエーテル、エーテル誘導体、アミノアルコール、ケトン、N-メチルピロリジノン、2-ピロリジノン、シクロヘキシルピロリドン、ヒドロキシエーテル、アミド、スルホキシド、ラクトン、高分子電解質、メチルスルホニルエタノール、イミダゾール、ペタイン、及び他の水溶性又は水に混和性の材料、並びにその混合物のような水溶性又は水に混和性の有機成分と、の混合物で構成されてもよい。水と水溶性又は混和性有機液体との混合物が液体ビヒクルとして選択される場合、水対有機液体の比率は、典型的には約100:0から約30:70の範囲であり、好ましくは約97:3から約40:60の範囲である。液体ビヒクルの非水成分は、一般的に、水の沸点(100°C)よりも高い沸点を有する湿潤剤又は共溶媒として働く。本発明のインク組成物中に、液体ビヒクルは、典型的にはインクの約80乃至約99.9重量パーセント、好ましくはインクの約90乃至約99重量パーセントの量で存在するが、量はこれらの範囲外であってもよい。

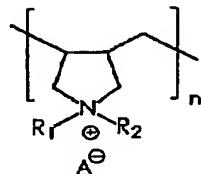
【0013】一般的にアニオン染料と錯体化されるポリ第4級アミン化合物は、その繰返し単位中に第4級基を含むポリマーである。ポリマーの重量平均分子量は典型的には約1000乃至約10000000であり、好ましくは約3000乃至約1000000、更に好ましくは約5000乃至約400000であるが、値はこれらの範囲外であってもよい。ポリマーの数平均分子量は典型的には約800乃至約11000000であり、好ましくは約3300乃至約1100000、更に好ましくは約5600乃至約450000であるが、値はこれらの範囲外であってもよい。ポリマーは典型的には約5乃至約70000個の繰返しモノマー単位を有し、好ましくは約21乃至約7000個の繰返しモノマー単位を有し、更に好ましくは約35乃至約2800個の繰返しモノマー単位を有するが、繰返しモノマー単位数はこの範

囲外であってもよい。

【0014】適切なポリ第4級アミン化合物の例には、次の一般式のポリジアリルアンモニウム化合物が含まれる。

## 【0015】

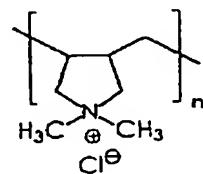
## 【化1】



【0016】ここで、nは繰返しモノマー単位の数を表す整数である。R<sub>1</sub>及びR<sub>2</sub>はそれぞれ他とは独立的に、水素原子、典型的には1乃至約30個の炭素原子、好ましくは1乃至約6個の炭素原子を有する飽和、不饱和、環状及び置換アルキル基を含むアルキル基（ポリメチレンオキシド基、ポリエチレンオキシド基、ポリプロピレンオキシド基等を含む）、典型的には6乃至約50個の炭素原子、好ましくは約6乃至約18個の炭素原子を有する置換アリール基を含むアリール基、又は典型的には約7乃至約60個の炭素原子、好ましくは7乃至約20個の炭素原子を有する置換アリールアルキル基を含むアリールアルキル基である。ここで、置換アルキル、アリール、及びアリールアルキル基の置換基は、ヒドロキシ基、アミン基、アンモニウム基、シアノ基、ビリジン基、ビリジニウム基、エーテル基、アルデヒド基、ケトン基、エステル基、アミド基、カルボニル基、スルフィド基、スルホキシド基、ホスフィン基、ホスホニウム基、ニトリル基、メルカプト基、ニトロ基、ハロゲン原子、ニトロ基、スルホン基、アシリル基、及びその混合物等であり（しかし、これらに限定はされない）、2つ又はそれ以上の置換基は互いに結合されて環を形成してもよい。Aは、Cl<sup>-</sup>、Br<sup>-</sup>、I<sup>-</sup>、HSO<sub>4</sub><sup>-</sup>、HSO<sub>3</sub><sup>-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>、SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>、CH<sub>2</sub>SO<sub>3</sub><sup>-</sup>、CH<sub>3</sub>SO<sub>3</sub><sup>-</sup>、CH<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>SO<sub>3</sub><sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、HC<sub>6</sub>OO<sup>-</sup>、CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup>、HCO<sub>3</sub><sup>-</sup>、CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>、H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub><sup>-</sup>、HPO<sub>4</sub><sup>2-</sup>、PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>、SCN<sup>-</sup>、BF<sub>4</sub><sup>-</sup>、ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>、又はSSO<sub>3</sub><sup>-</sup>等のアニオンである。例えば、次式のポリ塩化ジアリルジメチルアンモニウムを含むポリジアリルジメチルアンモニウム化合物等である。

## 【0017】

## 【化2】



(4)

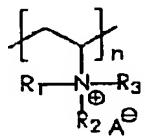
5

【0018】ここで、nは繰返しモノマー単位の数を表す整数であり、分子量が約400000(nは約250の整数)のものはカルゴン社から261-RVとして市販されており、分子量が約5000(nは約31の整数)のものはカルゴン社からVARIKEM 110又はE2253として市販されている。

【0019】また、次の一般式のポリ第4級化ポリビニルアミンも適切である。

【0020】

【化3】

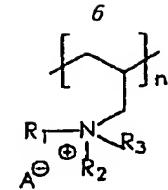


【0021】ここで、nは繰返しモノマー単位の数を表す整数である。R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>及びR<sub>3</sub>はそれぞれ他とは独立的に、水素原子、典型的には1乃至約30個の炭素原子、好ましくは1乃至約6個の炭素原子を有する飽和、不飽和、環状及び置換アルキル基を含むアルキル基(ポリメチレンオキシド基、ポリエチレンオキシド基、ポリプロピレンオキシド基等を含む)、典型的には6乃至約50個の炭素原子、好ましくは約6乃至約18個の炭素原子を有する置換アリール基を含むアリール基、典型的には7乃至約60個の炭素原子、好ましくは7乃至約20個の炭素原子を有する置換アリールアルキル基を含むアリールアルキル基である。ここで、置換アルキル、アリール、及びアリールアルキル基の置換基は、ヒドロキシ基、アミン基、アンモニウム基、シアノ基、ピリジン基、ピリジニウム基、エーテル基、アルデヒド基、ケトン基、エステル基、アミド基、カルボニル基、スルフィド基、スルホキシド基、ホスフィン基、ホスホニウム基、ニトリル基、メルカプト基、ニトロソ基、ハロゲン原子、ニトロ基、スルホン基、アシル基、及びその混合物等であり(しかし、これらに限定はされない)、2つ又はそれ以上の置換基は互いに結合されて環を形成してもよい。Aは、Cl<sup>-</sup>、Br<sup>-</sup>、I<sup>-</sup>、HSO<sub>4</sub><sup>-</sup>、HSO<sub>3</sub><sup>-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>、SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>、CH<sub>2</sub>SO<sub>3</sub><sup>-</sup>、CH<sub>3</sub>SO<sub>3</sub><sup>-</sup>、CH<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>SO<sub>3</sub><sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、HCOO<sup>-</sup>、CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup>、HCO<sub>3</sub><sup>-</sup>、CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>、H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub><sup>-</sup>、HPO<sub>4</sub><sup>2-</sup>、PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>、SCN<sup>-</sup>、BF<sub>4</sub><sup>-</sup>、ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>、又はSSO<sub>3</sub><sup>-</sup>等のアニオンである。

【0022】また、次の一般式のポリ第4級化ポリアリルアミンも適切である。

【0023】

【化4】



【0024】ここで、nは繰返しモノマー単位の数を表す整数である。R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>及びR<sub>3</sub>はそれぞれ他とは独立的に、水素原子、典型的には1乃至約30個の炭素原子、好ましくは1乃至約6個の炭素原子を有する飽和、不飽和、環状及び置換アルキル基を含むアルキル基(ポリメチレンオキシド基、ポリエチレンオキシド基、ポリプロピレンオキシド基等を含む)、典型的には6乃至約50個の炭素原子、好ましくは約6乃至約18個の炭素原子を有する置換アリール基を含むアリール基、典型的には7乃至約60個の炭素原子、好ましくは7乃至約20個の炭素原子を有する置換アリールアルキル基を含むアリールアルキル基である。ここで、置換アルキル、アリール、及びアリールアルキル基の置換基は、ヒドロキシ基、アミン基、アンモニウム基、シアノ基、ピリジン基、ピリジニウム基、エーテル基、アルデヒド基、ケトン基、エステル基、アミド基、カルボニル基、スルフィド基、スルホキシド基、ホスフィン基、ホスホニウム基、ニトリル基、メルカプト基、ニトロソ基、ハロゲン原子、ニトロ基、スルホン基、アシル基、及びその混合物等であり(しかし、これらに限定はされない)、2つ又はそれ以上の置換基は互いに結合されて環を形成してもよい。Aは、Cl<sup>-</sup>、Br<sup>-</sup>、I<sup>-</sup>、HSO<sub>4</sub><sup>-</sup>、HSO<sub>3</sub><sup>-</sup>、SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>、SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>、CH<sub>2</sub>SO<sub>3</sub><sup>-</sup>、CH<sub>3</sub>SO<sub>3</sub><sup>-</sup>、CH<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>SO<sub>3</sub><sup>-</sup>、NO<sub>3</sub><sup>-</sup>、HCOO<sup>-</sup>、CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup>、HCO<sub>3</sub><sup>-</sup>、CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>、H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub><sup>-</sup>、HPO<sub>4</sub><sup>2-</sup>、PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>、SCN<sup>-</sup>、BF<sub>4</sub><sup>-</sup>、ClO<sub>4</sub><sup>-</sup>、又はSSO<sub>3</sub><sup>-</sup>等のアニオンである。

【0025】2つ又はそれ以上のポリ第4級アミン化合物の混合物がインク中に存在することもできる。

【0026】ポリ第4級アミン化合物は、典型的にはインクの約0.01乃至約50重量パーセント、更に典型的にはインクの約0.05乃至約40重量パーセント、好ましくはインクの約1乃至約10重量パーセント、より好ましくはインクの約1乃至約9重量パーセント、更により好ましくはインクの約1乃至約5重量パーセントの所望される量又は有効量でインク中に存在するが、量はこれらの範囲外であってもよい。インク中のポリ第4級アミン及びアニオン染料の好ましい相対量は化学量論的な比率として表されることもでき、アニオン染料基対カチオンポリ第4級基のモル比は、典型的には約1:0.33乃至約1:300、好ましくは約1:1乃至約1:20、更に好ましくは約1:2乃至約1:6、最も好ましくは約1:3であるが、相対量はこれらの範囲外でもよい。

(5)

7

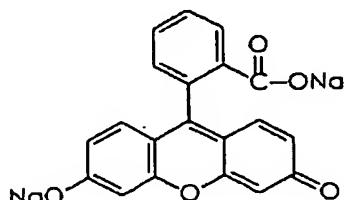
【0027】アニオン染料は適切な又は所望されるアニオン染料でよい。適切な染料の例には、食用染料、酸性黒色染料、酸性赤色染料、酸性青色染料、酸性黄色染料、直接黒色染料、直接青色染料、直接赤色染料、直接黄色染料、反応黒色染料、反応青色染料、反応赤色染料、及び反応黄色染料等を含む種々の反応染料等、並びにその混合物が含まれる。染料は、典型的にはインクの約0.05乃至約1.0重量パーセント、好ましくはインクの約0.1乃至約0.7重量パーセント、更に好ましくはインクの約1乃至約5重量パーセントの所望される量又は有効量でインク組成物中に存在するが、量はこれらの範囲外でもよい。

【0028】本発明の1つの実施の形態では、染料は酸性赤色52号である。この染料は、郵便産業で封筒面を決定するための使用など多くの応用に有用なオレンジ色の蛍光を有する。酸性赤色52号は単独では耐水性が悪く、この応用には不適切とされる。しかしながら、本発明のインクの他の成分と組み合わせて使用されると、この染料は、耐水性及び耐ウェットスミア性のインクをもたらすことができる。本発明の特に好ましい実施の形態では、酸性赤色52号はポリ塩化ジアリルジメチルアンモニウムと錯体化される。得られる錯体は、他のインク成分及び広範なインク共溶媒と十分に相溶性である。

【0029】もう1つの実施の形態では、染料はフルオレセイン(酸性黄色73号)及び酸性赤色52号の混合物である。フルオレセインは明るい黄色の蛍光を有し、酸性赤色52号染料と混合されると、郵便で使用するのに理想的なインクを作る。本発明のインクにおいて、酸性赤色52号は可視光照明の下で明るく冷たいマゼンタに見え、紫外光で酸性赤色52号を照らすと暗いオレンジ色の蛍光を示す。酸性黄色73号は可視光照明の下では非常に明るいレモンイエローに見え、強く明るい黄色の蛍光を発する。どちらの染料も単独では、容易に読み取れて美的に容認できる可視色、又はUV検出のために容認できる蛍光をもたらさない。しかしながら、混合物は赤オレンジ色を生成し、明るいオレンジ色の蛍光を発する。フルオレセインは分子量が約332.31、実験式がC<sub>20</sub>H<sub>12</sub>O<sub>5</sub>であり、次の構造式を有する。例えばアルドリッヂケミカル社(ウィスコンシン州、ミルウォーキー)又はE&Mサイエンティフィックから商業的に入手可能である。

【0030】

【化5】



【0031】酸性赤色52号染料及びフルオレセイン

(5)

8

は、酸性赤色52号対フルオレセインの重量比が典型的には約1:1乃至約1:20、好ましくは約1:2乃至約1:5、更に好ましくは約1:3である所望の又は有効な相対量で存在するが、相対量はこれらの範囲外でもよい。

【0032】選択されたアニオン染料が酸性青色9号の場合、染料/ポリ第4級錯体はある場合には耐光性の減少を示し、可視光照射、特に黄色の光にさらされたときに赤一黄色の発色团シフトを示す。この例で、直接青色199号又は直接青色86号等の銅フタロシアン染料を取り込めば、インクの耐退色性を改良することができる。ポリ第4級化合物、酸性青色9号、及び銅フタロ染料を含むインクは、高度の耐水性及び耐光性の両方を示す。特定の理論に制限されないが、黄色一オレンジ色の領域で強く吸光する銅フタロ染料の存在は、酸性青色9号染料をこれらの波長から遮蔽すると考えられる。この実施の形態では、酸性青色9号染料及び銅フタロ染料は、酸性青色9号対銅フタロ染料の重量相対量が典型的には約1:100乃至約100:1、好ましくは約1:10乃至約10:1、更に好ましくは約1:5乃至約5:1の所望の又は有効な相対量で存在するが、相対量はこれらの範囲外であってもよい。

【0033】特定の理論に制限されないが、ポリ第4級アミン及び染料は、インク成分の混合の際に多座配位のイオン錯体を形成すると考えられる。インク成分は所望の順序で混合できるが、インク中に存在する塩は染料又はポリ第4級アミンの添加よりも前に添加されるのが好ましい。ポリ第4級錯体の構造は一般的に、インクの通常のpH範囲ではインクのpHに無関係である。

【0034】本発明の1つの実施の形態では、インクはスルホランも含む。スルホランはインク中の染料/ポリ第4級アミン錯体の溶解度を増大させることができ、これにより、インクジェットプリンタにおけるインクの噴射特性が改良される。存在する場合、スルホランは、典型的にはインクの約1乃至約50重量パーセント、好ましくはインクの約5乃至約30重量パーセント、更に好ましくはインクの約10乃至約25重量パーセントの所望される量又は有効量でインク中に存在するが、量はこれらの範囲外であってもよい。

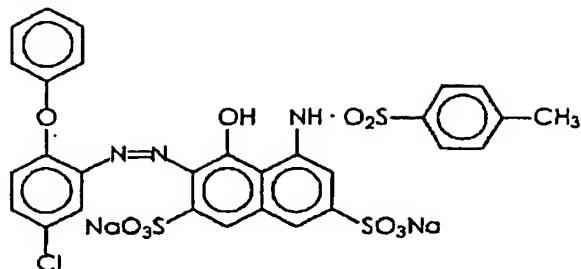
【0035】本発明の別の実施の形態では、インクはモノエーテルグリコール及び/又はシクロヘキシリピロリジノンも含む。インク中のモノエーテルグリコール又はシクロヘキシリピロリジノン成分は、選択された染料が次式の酸性赤色249号(5-クロロ-2-フェノキシアニリン→N-p-トリルスルホニルH酸)のように3,6-ジスルホン化ナフタレン環置換基を含む場合に特に好まれる。これは、モノエーテルグリコールが存在しないと、ある場合には、染料/ポリ第4級錯体を沈殿せることがある。

【0036】

(6)

9

## 【化6】



【0037】特定の理論に制限されないが、第4級カチオン部位に対するスルホン酸塩の幾何構造は平衡化を許さない強い二座の結合部位を線状カチオンポリマー鎖に沿って発生し、トリプロピレングリコールモノメチルエーテルやジエチレングリコールモノブチルエーテル（ブチルカルビトール）等のグリコールモノエーテル又はシクロヘキシリピロリジノンの可溶化効果は染料／ポリ第4級錯体を安定化できると考えられる。シクロヘキシリピロリジノンはモノエーテルグリコールと比較してより少ないインク中の相対量で有効であり、より少ない量のイオン塩（存在する場合）の使用を可能にし、普通紙への同様の浸透時間を可能にする。存在する場合、モノエーテルグリコールは、典型的にはインクの約1乃至約50重量パーセント、好ましくはインクの約2乃至約40重量パーセント、更に好ましくはインクの約3乃至約20重量パーセントの所望される量又は有効量でインク中に存在するが、量はこれらの範囲外でもよい。存在する場合、シクロヘキシリピロリジノンは、典型的にはインクの約1乃至約30重量パーセント、好ましくはインクの約2乃至約20重量パーセント、更に好ましくはインクの約3乃至約15重量パーセントの所望される量又是有効量でインク中に存在するが、量はこれらの範囲外であってもよい。

【0038】本発明の別の実施の形態では、インクはホルムアミド及び／又はジメチルスルホキシドも含む。ホルムアミドはきちんとした形でアニオン染料の優れた可溶化を証明し、尿素等の他の染料可溶化材料をホルムアミド及び／又はDMSOで置き換えると、インク中での加水分解に対する耐性の改良が可能になり、これにより、時間に対するインクpHの増大が減少される。また、ホルムアミド及び／又はDMSOを含むインクは、尿素を含むインクと比較して減少された結晶化及び減少された粘度を示す。存在する場合、ホルムアミドは、典型的にはインクの約1乃至約70重量パーセント、好ましくはインクの約5乃至約50重量パーセント、更に好ましくはインクの約15乃至約40重量パーセントの所望される量又は有効量でインク中に存在するが、量はこれらの範囲外であってもよい。存在する場合、ジメチルスルホキシドは、典型的にはインクの約1乃至約70重量パーセント、好ましくはインクの約5乃至約50重量パーセント、更に好ましくはインクの約15乃至約40重量パーセント、更に好ましくはインクの約15乃至約40

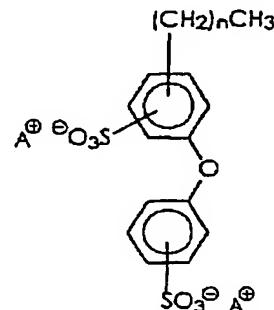
10

重量パーセントの所望される量又は有効量でインク中に存在するが、量はこれらの範囲外であってもよい。

【0039】本発明のいくつかの実施の形態では、インクは更に界面活性剤を含む。適切な種類の界面活性剤の1つの例は、次の一般式のアルキル（線状）ジフェニルオキシドジスルホン酸塩のようなポリアニオン界面活性剤である。

【0040】

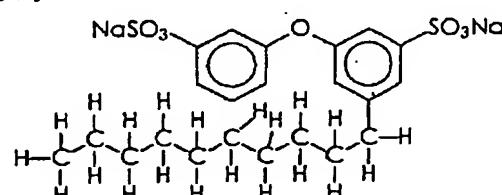
## 【化7】



【0041】ここで、nは典型的には1乃至約15、好ましくは1乃至約10の整数であり、Aはアルカリ金属等を含む（しかし、これに限定はされない）所望のカチオンである。特定の理論に制限はされないが、二座の界面活性剤はポリ第4級化合物の一部ヘイオン的に結合して染料／ポリ第4級錯体をカプセル化することができ、これにより、錯体がハードウェア表面から遮蔽され、噴射特性が改良されると考えられる。この界面活性剤の存在は、十分にメンテナンスキャップされた及び長期間デキャップされたインクジェットハードウェアの回復を可能にする。この種類の界面活性剤の例はパイロット（カリфорニア州、サンタフェスプリングス）から入手可能なCALFAX 10L-45であり、次式のデシルジフェニルオキシドジスルホン酸ナトリウムであると考えられる。

【0042】

## 【化8】



【0043】適切な種類の界面活性剤のもう1つの例は、E.I.デュボンドネムールアンドカンパニー（デラウェア州、ウィルミントン）から得られるMERPOL LF-H（式 $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_n(\text{OC}_2\text{H}_4)_8(\text{OC}_3\text{H}_6)_8\text{OH}$ を有すると考えられる、ここでnは約12乃至約16の整数である）等のエチレンオキシド及びプロピレンオキシドの非イオン性エステル、ユニオンカーバイド社（コネチカット州、ダーバリー）から得られるTRITON X-100等のオクチルフェノキシボリエトキシエタノール、エアプロダクト&ケミカル

(7)

11

ルズ社（ペンシルバニア州、アレンタウン）から得られるSURFYNOL CT-136等の2, 4, 7, 9-テトラメチル-5-デシン-4, 7-ジオール等のアセチレン系ジオール、ユニオンカーバイド社（コネチカット州、ダンバリー）から得られるTERGITOL TMN-10（10個のオキシエチレン単位を含む、式 $C_{12}H_{25}O(C_2H_4O)_5H$ を有すると考えられる）等のトリメチルノニルポリエチレンーグリコールエーテル等を含む非イオン性界面活性剤である。特定の理論に制限されないが、これらの非イオン性界面活性剤も染料／ポリ第4級錯体をカプセル化し、これにより錯体がハードウェア表面から遮蔽され、噴射特性が改良されると考えられる。これらの界面活性剤の存在は、十分にメンテナンスキャップされた及び長期間デキャップされたインクジェットハードウェアの回復を可能にする。存在する場合、界面活性剤は、典型的にはインクの約0.01乃至約5重量パーセント、好ましくはインクの約0.1乃至約3重量パーセント、更に好ましくはインクの約0.3乃至約2重量パーセントの所望される量又は有効量でインク中に存在するが、量はこれらの範囲外であってもよい。

【0044】もう1つの好ましい実施の形態では、ポリ第4級アミン化合物は、ポリ第4級アミン化合物の第4級アミン基の数が染料のアニオン基の数を越えるような量だけインク中に存在する。ある例では、特にインクビヒクルがスルホラン及び／又は尿素等の共溶媒及び塩を含む場合、染料のアニオン基の数がポリマーのカチオン第4級アミン基の数を越えるような相対量で染料及びポリ第4級アミン化合物が存在するときには、染料／ポリ第4級アミン錯体の沈殿がインクビヒクルから生じ得る。これらの例でインク中のポリ第4級アミン化合物の量を増大させると、優れた貯蔵安定性、優れた耐水性、優れた耐スミア性を有し、色彩間のブリードが減少されたインクが可能になる。

【0045】また、増大された量のポリ第4級アミン化合物及び塩、即ち少なくとも約6重量パーセントのポリ第4級アミン化合物及び少なくとも約12重量パーセントの塩を含むインク組成物は、スルホラン及び尿素等の安定化共溶媒の存在しないインクを調合できるといった利点を可能にする。これらののような共溶媒又は湿潤剤なしでインクを調合できることは、プリントヘッドが通常製造される材料とのインクの適合性の増大や貯蔵安定性の改良等の利点を可能にする。ジプロピレングリコールやトリプロピレングリコールモノメチルエーテル等のグリコール共溶媒を含むインクは、得られる色の不安定化を起こさずに調合することができる。

【0046】インク組成物は、一般的に、サーマルインクジェット印刷プロセスでの使用に適した粘度を有する。室温（即ち、約25°C）において、インク粘度は典型的には約10センチボアズ以下であり、好ましくは約1乃至約5センチボアズであり、更に好ましくは約1乃

至約4センチボアズであるが、粘度はこの範囲外でもよい。

【0047】本発明のインク組成物は適切な又は所望されるpHを有することができる。サーマルインクジェット印刷プロセスのようないくつかの実施の形態では、典型的なpH値は約3乃至約11であり、好ましくは約5乃至約10であり、更に好ましくは約7乃至約8であるが、pHはこれらの範囲外であってもよい。

【0048】インクジェット印刷に適するインク組成物は適切なプロセスで調製することができる。典型的には、成分を単純に混合することによってインクは調製される。1つのプロセスは、インクを得るために、全ての成分を互いに混合し、混合物を濾過することを必要とする。成分を混合し、所望されるなら加熱し、濾過するような所望のプロセスに従って從来のインク組成物を調製した後、所望される更なる添加剤を混合物へ添加し、均一な混合物が得られるまで典型的には約5乃至約10分間、適度に振とうしながら室温で混合することによってインクを調製することができる。あるいは、任意のインク添加剤は、全ての成分を混合し、所望されるなら加熱し、濾過するような所望の手順にしたがって行われるインク調製プロセスの間に、他のインク成分と共に混合されることができる。好ましい実施の形態では、インク成分は次の順序で混合される。（1）水、（2）インク中に存在する塩、（3）インク中に存在する共溶媒又は湿潤剤、（4）ポリ第4級化合物、（5）染料。塩及び／又は共溶媒及び／又は湿潤剤の添加よりも前にポリ第4級化合物及び染料が水へ添加されると沈殿した錯体が形成され、これは一般的には他のインク成分が添加された後、均一になるまでゆっくりと溶解する傾向にある。

【0049】また本発明は、本発明のインク組成物をインクジェット印刷装置内に組み込み、インク組成物の液滴を基体上へ画像パターンで噴出させることを伴うプロセスに関する。特に好ましい実施の形態では、印刷装置はサーマルインクジェットプロセスを使用し、ノズル中のインクは画像パターンで選択的に加熱され、これによりインク滴が画像パターンで噴射される。Xerox（登録商標）4024紙、Xerox（登録商標）イメージシリーズ紙、コートランド4024D P紙、野線ノート紙、ボンド紙、シャープ社製シリカコート紙等のシリカコート紙、及び十条紙のような普通紙、透明材料、布、繊維製品、プラスチック、高分子フィルム、金属及び木材等の無機基体等を含む適切な基体を用いることができる。好ましい実施の形態では、プロセスは多孔性又はインク吸収性的基体（普通紙等）上への印刷を伴う。

【0050】実施例1

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

【0051】

【表1】

(8)

13

14

成分	量(グラム)
脱イオン水	8.7
ベタイン	3
ナトリウムカーラウロイルサルコシナート	0.2
カチオン導電性ポリマー 261-RV *	0.1
酸性黄色23号染料**	8
ロールミル30分間	

\*10wt.%のポリマー及び90wt.%の水を含む水溶液

\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

## 【0052】実施例11

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

## \* 【0053】

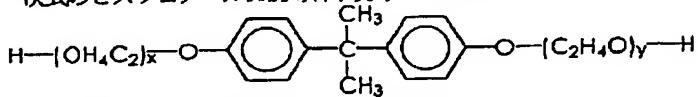
【表2】

\*

成分	量(wt%)
脱イオン水	18.6
カチオン導電性ポリマー 261-RV *	2
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	1
エチレンジアミン四酢酸	0.3
ポリエチレンオキシド**	0.1
尿素	2.0
スルホラン***	2.1
TRITON X-100界面活性剤	2
PROJET RED OAM染料****	4.0
ロールミル30分間	

\*40wt.%のポリマーを水中に含む水溶液

\*\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*\*\*10wt.%の染料を水中に含む水溶液

【0054】インクは、0.2ミクロン、47ミリメートルのゲルマンナイラフロー(Gelman Nylaflow)フィルタによって、1平方インチ当たり40ポンドで25分間にわたって濾過された。得られたインクは、25℃の粘度が2センチポアズ、25℃のpHが8.62、表面張力が33.9 dyn/cm、導電率が3.02ミリmhoであった。

【0055】こうして調製されたインクは、XEROX(登録商標)4004パーソナルプリンタに組み込まれ、XEROX(登録商標)イメージシリーズ紙及びコートランド紙上へ噴射された。得られたプリントは、X-ライト42.8濃度計で測定される光学濃度が1.10であり、攪拌

しながら5分間に水に浸漬した後の光学濃度を浸漬前の光学濃度と比較した割合として計算される耐水性が90パーセントであり、70グラムの圧力下湿ったフェルト先端を用いてこすられたフルトーン区域に隣接する未印刷領域上のスマニア領域の光学濃度から紙の背景の光学濃度を差し引いた値として測定されるウェットスマニアが0.06であった。

## 【0056】実施例11

黒色インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

## 【0057】

【表3】

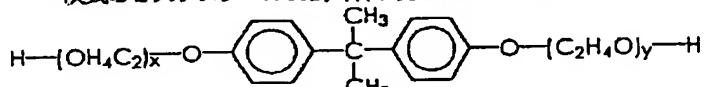
(9)

15

成分	量 (wt. %)
脱イオン水	34.98
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	0.3
エチレンジアミン四酢酸	0.2
VARIKEM 110 ポリ第4級アミン化合物*	9
DOWICIL 150/200 総合生物剤	0.1
ポリエチレンオキシド**	0.05
尿素	10.03
スルホラン***	7.64
塩化リチウム	3.01
TRITON X-100界面活性剤	1
PROJET YELLOW OAM 染料(酸性黄色23号)****	13.39
PROJET RED OAM 染料*****	11.76
PROJET BLUE OAM 染料(酸性青色9号)*****	8.54
ロールミル30分間	

\*40wt.%のポリマー及び60wt.%の水を含む水溶液

\*\*次式のビスフェノールA誘導体 分子量18600



\*\*\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*\*\*7.5wt.%の染料及び92.5wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*\*\*10wt.%の染料固体を水中に含む水溶液

\*\*\*\*\*10wt.%の染料固体を水中に含む水溶液

【0058】インクは、0.2ミクロン、47ミリメートルのゲルマンナイラフローフィルタによって、1平方インチ当たり40ポンドで15分間にわたって濾過された。得られたインクは、25℃の粘度が2.12センチボアズ、25℃のpHが7.16、表面張力が33.1dyn/cm、導電率が42.7ミリmhoであった。

【0059】こうして調製されたインクは、XEROX(登録商標)4004パーソナルプリンタに組み込まれ、XEROX(登録商標)イメージシリーズ紙及びコートラント紙上へ噴射された。得られたプリントは、X-ライト428濃度計で測定される光学濃度が1.40であり、攪拌しながら5分間水中に浸漬した後の光学濃度を浸漬前の

光学濃度と比較した割合として計算される耐水性が90パーセントであり、70グラムの圧力下湿ったフェルト先端を用いてこすられたフルトーン区域に隣接する未印刷領域上のスマニア領域の光学濃度から紙の背景の光学濃度を差し引いた値として測定されるウェットスマニアが0.06であった。

#### 【0060】実施例1V

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

#### 【0061】

【表4】

(10)

17

18

成分	量(グラム)
脱イオン水	4. 26
スルホラン*	4. 2
トリプロピレングリコールモノメチルエーテル	3. 4
1-ヘキサンスルホン酸、ナトリウム塩	0. 04
カチオン導電性ポリマー 261-RV **	0. 1
PROJET BLUE OAM 染料(酸性青色9号) ***	8
ロールミル30分間	

\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*10wt.%のポリマー及び90wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

## 【0062】実施例V

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製され  
た。

## \* 【0063】

## 【表5】

\*

成分	量(グラム)
脱イオン水	11. 16
イミダゾール	0. 2
亜リン酸	0. 1
pH=7. 8	
スルホラン*	4. 2
トリプロピレングリコールモノメチルエーテル	3. 4
1-ヘキサンスルホン酸、ナトリウム塩	0. 04
Duasyn Brilliant Red F3B SP VP 218染料 (反応赤色180号)	0. 8
カチオン導電性ポリマー 261-RV **	0. 1
ロールミル30分間	

\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*10wt.%のポリマー及び90wt.%の水を含む水溶液

## 【0064】実施例VI

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製され  
た。

## 【0065】

## 【表6】

(11)

19

20

成分	量(グラム)
脱イオン水	4. 26
スルホラン*	4. 2
トリプロピレングリコールモノメチルエーテル	3. 4
1-ヘキサンスルホン酸、ナトリウム塩	0. 04
カチオン導電性ポリマー 261-RV **	0. 1
PROJET RED OAM染料***	8
ロールミル30分間	

\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む  
\*\*10wt.%のポリマー及び90wt.%の水を含む水溶液  
\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

## 【0066】実施例VII

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

## \*【0067】

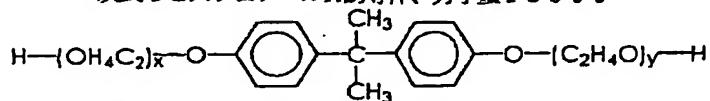
## 【表7】

\*

成分	量(グラム)
脱イオン水	745. 5
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	3
エチレンジアミン四酢酸	2
カチオン導電性ポリマー 261-RV *	5
DOWICIL 150/200 表面活性剤	1
ポリエチレンオキシド**	0. 5
スルホラン***	63
尿素	100
塩化リチウム	10
TRITON X-100	10
PROJET RED OAM染料****	50
フルオレセイン(酸性黄色73号)*****	10
ロールミル30分間	

\*40wt.%のポリマー及び60wt.%の水を含む水溶液

\*\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

## 【0068】実施例VIII

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

## 【0069】

## 【表8】

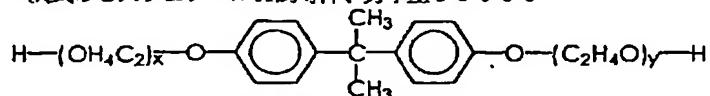
(12)

21

22

成分	量(グラム)
脱イオン水	35.47
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	0.5
エチレンジアミン四酢酸	0.35
塩化アンモニウム	3
ポリエチレンオキシド*	0.05
DOWICIL 150/200 素生物剤	0.1
トリプロピレングリコールモノメチルエーテル (DOWANOL TPM)	1.5
スルホラン**	10.53
VARIKEM 110 ポリ第4級アミン化合物***	1.0
PROJET MAGENTA 1染料(酸性赤色249号)****	2.5
ロールミル30分間	

\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*\*40wt.%のポリマー及び60wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

## 【0070】実施例IX

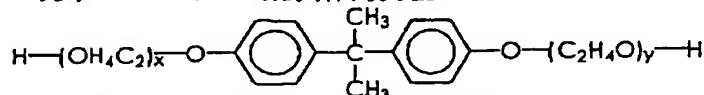
インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。  
\*:

## \*【0071】

【表9】

成分	量(グラム)
脱イオン水	40.5
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	0.5
エチレンジアミン四酢酸	0.35
塩化アンモニウム	2.5
ポリエチレンオキシド*	0.05
DOWICIL 150/200 素生物剤	0.1
シクロヘキシリピロリジノン	6
尿素	1.0
VARIKEM 110 ポリ第4級アミン化合物**	1.0
PROJET MAGENTA 1染料(酸性赤色249号)***	3.0
ロールミル30分間	

\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*40wt.%のポリマー及び60wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

【0072】インクは、1.2ミクロン/5ミクロン、50-47ミリメートルのゲルマンナイラフィルタによ

(13)

23

って、1平方インチ当たり10ポンドで1分30秒間にわたって濾過された。得られたインクは、25°Cの粘度が2.05センチポアズ、25°CのpHが7.37、表面張力が41.8 dyn/cm、導電率が44.6ミリmhoであった。

\*【0073】実施例X

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

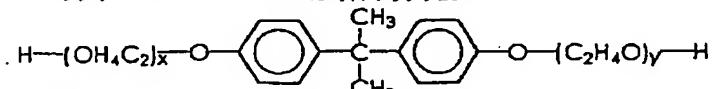
【0074】

\*【表10】

成分	量(グラム)
脱イオン水	15.9
VARIKEM 110 ポリ第4級アミン化合物*	1.5
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	0.3
エチレンジアミン四酢酸	0.05
塩化アンモニウム	1.0
ポリエチレンオキシド**	0.05
DOWICIL 150/200 素生物剤	0.1
ブチルカルビトール	3
トリプロピレングリコールモノメチルエーテル (DOWANOL TPM)	1.0
スルホラン***	1.5
PROJET CYAN 1 (直接青色199号) 染料****	1.5
PROJET BLUE OAM 染料 (酸性青色9号) *****	1.5
ロールミル30分間	

\*40wt.%のポリマー及び80wt.%の水を含む水溶液

\*\*次式のピスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

【0075】インクは、1.2ミクロンのメンテック(Memtec)フィルタによって濾過された。得られたインクは、25°Cの粘度が4.17センチポアズ、22°Cの

pHが7.32であった。

【0076】

【表11】

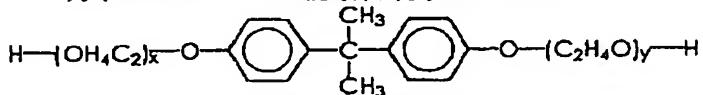
(14)

25

成分	量(グラム)
脱イオン水	21.5
VARIKEM 110 ポリ第4級アミン化合物*	1.5
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	0.3
エチレンジアミン四酢酸	0.05
塩化アンモニウム	1.0
ポリエチレンオキシド**	0.05
DOWICIL 150/200 殺生物剤	0.1
ブチルカルビトール	3
トリプロピレングリコールモノメチルエーテル (DOWANOL TPM)	1.0
スルホラン***	1.5
PROJET CYAN 1 (直接青色199号) 染料****	5
PROJET BLUE QAM 染料(酸性青色9号)*****	2.0
ロールミル30分間	

\*40wt.%のポリマー及び60wt.%の水を含む水溶液

\*\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

【0077】インクは、1.2ミクロンのメンテックフイルタによって濾過された。得られたインクは、25℃の粘度が4.06センチボアズ、22℃のpHが7.3であった。比較のために、2.5重量パーセントの酸性青色9号染料を含み、直接青色199号染料を含まない同様のインク組成物が調製された。3つのインクは全て紙へ塗布され、天頂付近の夏の日光に4時間さらされた。酸性青色9号染料のみを含むインクは60パーセントの耐光性(ファードメータ(Fadometer)の標準タングステン照明器で48時間露光した後の光学濃度を露光前の光学濃度と比較した割合として計算される)を示し、

2重量パーセントの酸性青色9号及び0.5重量パーセントの直接青色199号染料を含むインクは80パーセントの耐光性を示し、1.5重量パーセントの酸性青色9号及び1.5重量パーセントの直接青色199号染料を含むインクは95パーセントの耐光性を示した。

#### 【0078】実施例X1

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

#### 【0079】

【表12】

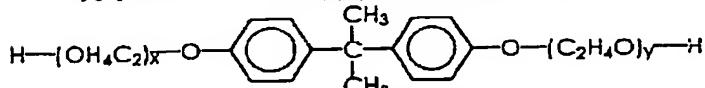
(15)

27

28

成分	量(グラム)
脱イオン水	225
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	13
エチレンジアミン四酢酸	7
ポリエチレンオキシド*	1
DOWICIL 150/200 硫生物剤	2
PROJET BLUE OAM 染料(酸性青色9号)**	300
PROJET CYAN 1(直接青色199号)染料***	300
臭化アンモニウム	200
スルホラン****	652
トリプロピレングリコールモノメチルエーテル(DOWANOL TPM)	100
ベタイン	100
VARIKEN 110 ポリ第4級アミン化合物*****	100
ロールミル30分間	

\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*\*\*\*40wt.%のポリマー及び60wt.%の水を含む水溶液

【0080】インクは、0.2ミクロン、47ミリメートルのゲルマンナイラフローフィルタによって、1平方インチ当たり20ポンドで4分間にわたって濾過された。得られたインクは、25°Cの粘度が3.73センチポアズ、22°CのpHが7.55、表面張力が45.4 dyn/cm、導電率が44.8ミリmhoであった。

【0081】こうして調製された100重量部のインクへ、1重量部のCALFAX 10L-45 ポリアニオン界面活性剤が添加された。インク粘度は3.74センチポアズのままであり、表面張力は29.6 dyn/cmへ低下した。インクはXerox(登録商標) XJ4C インクジェットプリンタに組み込まれ、ゼロックスイメージシリーズエリート

紙及びコートランド4024 DP 紙上へ噴射された。噴射の前にプリントはメントナンスキップ中で一晩置かれた。その後、多重ページ印刷が新たな始動で実行され、良い結果が得られた。プリントがデキップモードで一晩置かれた場合も、プライミングなしの回復及び良好な結果を伴う印刷が観察された。

#### 【0082】実施例XII

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

#### 【0083】

【表13】

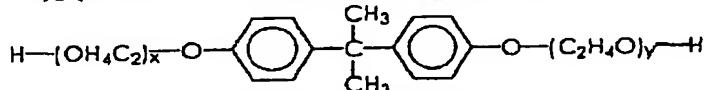
(16)

29

30

成分	量(グラム)
脱イオン水	225
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	13
エチレンジアミン四酢酸	7
ポリエチレンオキシド*	1
DOWICIL 150/200 種生物剤	2
PROJET BLUE OAH 染料(酸性青色9号)**	300
PROJET CYAN 1 (直接青色199号) 染料***	300
臭化アンモニウム	200
スルホラン****	652
トリプロピレングリコールモノメチルエーテル (DOWANOL TPM)	100
ベタイン	100
VARIKEM 110 ポリ第4級アミン化合物*****	100
ロールミル30分間	

\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*\*\*\*40wt.%のポリマー及び60wt.%の水を含む水溶液

【0084】インクは、0.2ミクロン、47ミリメートルのゲルマンナイラフローフィルタによって、1平方インチ当たり20ポンドで4分間にわたって濾過された。得られたインクは、25℃の粘度が3.73センチボアズ、22℃のpHが7.55、表面張力が45.4dyn/cm、導電率が44.8ミリmhoであった。

【0085】更なるインクは、こうして調製された100重量部のインクへ、次の表に示される種々の非イオン性界面活性剤を種々の量(ベースのインク組成物100重量部へ添加された界面活性剤の重量部数として次の表に示される)で添加することによって調製された。インクはXerox(登録商標) XJ4Cインクジェットプリンタに組み込まれ、ゼロックスイメージシリーズエリート紙

及びコートランド4024DP紙上へ噴射された。噴射の前にプリントはメンテナンスキャップ中で一晩置かれた。その後、多重ページ印刷が新たな始動で実行され、良い結果が得られた。プリンタがデキヤップモードで一晩置かれた場合も、プライミングなしの回復及び良好な結果を伴う印刷が観察された。それぞれのインクの粘度(センチボアズ、25℃で測定)、表面張力(dyn/cm)、及び回復能力データ(1から5の段階で示され、1は完全な回復を示し、5は完全な脱落を示す)は次表に示される。

【0086】

【表14】

(17)

31

32

界面活性剤	量	表面張力	粘度	回復能力
なし(コントロール)	---	45.4	3.73	5
MERPOL LF-H	0.5	33	3.62	1
MERPOL LF-H	1	32	3.81	1
MERPOL LF-H	2	33.5	3.84	1
MERPOL LF-H	4	33.9	3.92	1
SURFYNOL CT-136	0.5	37.2	3.77	1
SURFYNOL CT-136	1	35.7	3.89	1
SURFYNOL CT-136	2	34.2	3.92	1
SURFYNOL CT-136	4	32.8	4.16	2
TRITON X-100	0.5	34.7	3.81	1
TRITON X-100	1	34.5	3.99	1
TRITON X-100	2	35.4	4.26	2
TRITON X-100	4	35.1	4.89	3
TERGITOL TMN-10	0.5	32.4	3.81	4
TERGITOL TMN-10	1	29.9	3.92	1
TERGITOL TMN-10	2	29.0	4.17	2
TERGITOL TMN-10	4	29.2	4.73	3

## 【0087】実施例XII

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

## 【0088】

【表15】

(18)

33

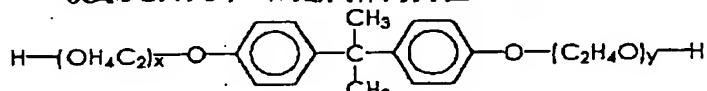
34

成分	量(グラム)
PROJET YELLOW OAM (酸性黄色23号) 染料*	28.9
DUASYN ACID YELLOW XX-SF VP 413 **	0.3
イミダゾール	1
エチレンジアミン四硝酸	0.05
ポリエチレンオキシド***	0.05
DONICIL 150/200 殺生物剤	0.1
臭化アンモニウム	1.5
ホルムアミド	1.0
トリプロピレングリコールモノメチルエーテル (DOWANOL TPM)	5
スルホラン****	32.6
VARIKEM 110 ポリ第4級アミン化合物*****	5
臭化カリウム	2
ロールミル30分間	

\*7.5wt%の染料及び92.5wt%の水を含む水溶液

\*\*100wt%染料固体として供給される染料

\*\*\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*\*\*95wt%のスルホラン及び5wt%の水を含む

\*\*\*\*\*40wt%のポリマー及び60wt%の水を含む水溶液

【0089】インクは、0.2ミクロン、47ミリメートルのゲルマンナイラフローフィルタによって1平方インチ当たり20ポンドで濾過された。得られたインクは、25℃の粘度が3.92センチポアズ、25℃のpHが7.56、表面張力が46.5 dyn/cm、導電率が59.7 mhoであった。

【0090】実施例XIV  
30 インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

【0091】

【表16】

(19)

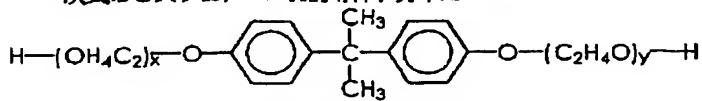
35

成分	量(グラム)
PROJET YELLOW QAM (酸性黄色23号) 染料*	28.9
DUASYN ACID YELLOW XX-SF VP 413 **	0.3
イミダゾール	1
エチレンジアミン四硝酸	0.05
ポリエチレンオキシド***	0.05
BONICIL 150/200 敷生物剤	0.1
臭化アンモニウム	15
トリプロピレングリコールモノメチルエーテル (DOWANOL TPM)	5
スルホラン****	32.6
VARIKEM 110 ポリ第4級アミン化合物*****	5
臭化カリウム	2
ジメチルスルホキシド	10
ロールミル30分間	

\*7.5 wt.%の染料及び92.5 wt.%の水を含む水溶液

\*\*100 wt.%染料固体として供給される染料

\*\*\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*\*\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*\*\*\*40wt.%のポリマー及び60wt.%の水を含む水溶液

【0092】インクは、0.2ミクロン、47ミリメートルのゲルマンナイラフローフィルタによって1平方センチ当たり20ポンドで濾過された。得られたインクは、25℃の粘度が4.79センチポアズ、25℃のpHが7.55、表面張力が45.1 dyn/cm、導電率が49.2ミリmhoであった。

## 【0093】実施例XV

30 インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

## 【0094】

【表17】

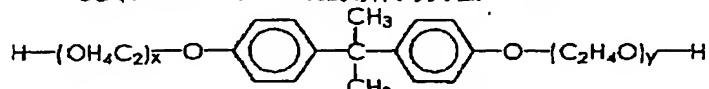
(20)

37

成分	量(グラム)
脱イオン水	755.5
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	3
エチレンジアミン四酢酸	2
261 RV カチオンポリマー	5
DOWICIL 150/200 敷生物剤	1
ポリエチレンオキシド*	0.5
スルホラン**	63
尿素	100
塩化リチウム	10
TRITON X-100界面活性剤	10
PROJET RED DAM染料***	50
ロールミル30分間	

38

\*次のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*95wt%のスルホラン及び5wt%の水を含む

\*\*\*10wt%の染料固体を水中に含む水溶液

【0095】インクは、0.2ミクロンのゲルマンナイラフローフィルタによって、1平方インチ当たり20ボンドで5分間にわたって濾過された。得られたインクは、25℃の粘度が1.63センチポアズ、25℃のpHが7.42、表面張力が31.4 dyn/cm、導電率が16.8ミリmhoであった。得られた画像は、光学濃度が0.82であり、攪拌しながら5分間水中に浸漬した後の光学濃度を浸漬前の光学濃度と比較した割合として計算される耐水性が85パーセントであり、70グラム

の圧力下湿ったフェルト先端を用いてこすられたフルトーン区域に隣接する未印刷領域上のスミア領域の光学濃度から紙の背景の光学濃度を差し引いた値として測定されるウェットスミアが0.01であった。

#### 【0096】実施例XVI

30 黒色インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

#### 【0097】

【表18】

(21)

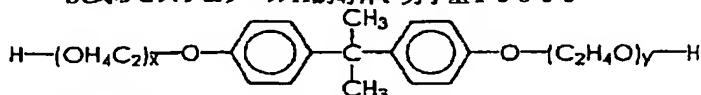
39

40

成分	量(グラム)
脱イオン水	74.4
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	1
エチレンジアミン四酢酸	0.5
臭化リチウム	14
スルホラン*	12.8
ポリエチレンオキシド**	0.1
DOWICIL 150/200殺生生物剤	0.2
尿素	40
VARIKEM 110 ***	30
直接赤色227号染料****	8
BASACID BLACK X34 染料*****	21.2
ロールミル30分間	

\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*\*40wt.%のポリマーを水中に含む水溶液

\*\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*\*\*34wt.%の染料及び66wt.%の水を含む水溶液

【0098】得られた画像は、光学濃度が1.43であり、攪拌しながら5分間に水に浸漬した後の光学濃度を浸漬前の光学濃度と比較した割合として計算される耐水性が95パーセントであり、70グラムの圧力下湿ったフェルト先端を用いてこすられたフルトーン区域に隣接する未印刷領域上のスミア領域の光学濃度から紙の背景の光学濃度を差し引いた値として測定されるウェットス

ニアが0.03であった。

## 【0099】実施例XVIIa

黄色インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。<sup>30</sup>

## 【0100】

【表19】

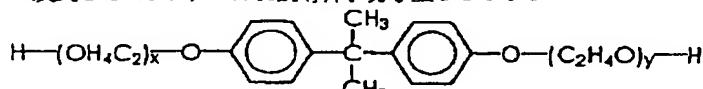
(22)

41

成分	量(グラム)
脱イオン水	391.4
DOWICIL 150/200 総合生物剤	4
ポリエチレンオキシド*	2
イミダゾール	40
エチレンジアミン四酢酸	2.6
尿素	240
スルホラン**	800
アセチルエタノールアミン***	640
ブチルカルピトール	480
PROSET YELLOW OAM (酸性黄色23号) 染料****	1600
ロールミル30分間	

42

\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*\*75wt.%のアセチルエタノールアミン及び25wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*\*7.5wt.%の染料固体及び92.5wt.%の水を含む水溶液

【0101】得られたインクは、1.2ミクロンのメンテックフィルタによって1平方インチ当たり20ポンドで濾過された。

【0102】こうして調製された100重量部のインクへ、5重量部の261 RV カチオンポリマー及び2.5重量部の塩化リチウムが添加された。得られたインク組成物はヒューレット-パッカード1600インクジェットプリンタに組み込まれ、ゼロックスイメージシリーズエリート紙上へ噴射された。得られた画像は、光学濃度が0.89であり、70グラムの圧力下湿ったフェルト先端を

用いてこすられたフルトーン区域に隣接する未印刷領域上のスマア領域の光学濃度から紙の背景の光学濃度を差し引いた値として測定されるウェットスマアが0.027±0.007であった。

#### 【0103】実施例XVIIb

黄色インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。  
30

#### 【0104】

【表20】

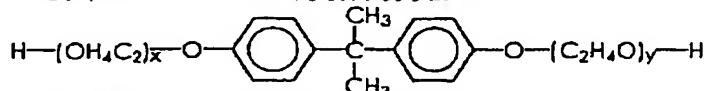
(23)

43

44

成分	量(グラム)
脱イオン水	391.4
DOMICIL 150/200 総生物剤	4
ポリエチレンオキシド*	2
イミダゾール	40
エチレンジアミン四酢酸	2.6
尿素	240
スルホラン**	600
アセチルエタノールアミン***	640
ブチルカルビトール	480
PROJET YELLOW QAN (酸性黄色23号) 染料****	1600
ロールミル30分間	

\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*95wt%のスルホラン及び5wt%の水を含む

\*\*\*75wt%のアセチルエタノールアミン及び25wt%の水を含む冰浴液

\*\*\*\*7.5wt%の染料固体及び92.5wt%の水を含む水浴液

【0105】得られたインクは、1.2ミクロンのメンテックフィルタによって1平方インチ当たり20ポンドで濾過された。

【0106】こうして調製された100重量部のインクへ、9重量部の261 RV カチオンポリマー及び2.5重量部の塩化リチウムが添加された。得られたインク組成物はヒューレットパッカード1600インクジェットプリントに組み込まれ、ゼロックスイメージシリーズエリート紙上へ噴射された。得られた画像は、光学濃度が0.88であり、70グラムの圧力下湿ったフェルト先端を

用いてこすられたフルトーン区域に隣接する未印刷領域上のスマア領域の光学濃度から紙の背景の光学濃度を差し引いた値として測定されるウェットスマアが0.020±0.008であった。

#### 【0107】実施例XVIIc

マゼンタインク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

#### 【0108】

【表21】

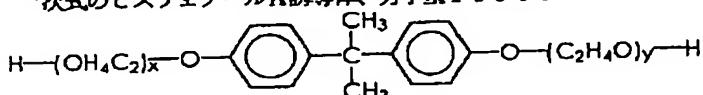
(24)

45

成分	量(グラム)
脱イオン水	628.6
DOWICIL 150/200 素生物剤	4
ポリエチレンオキシド*	2
イミダゾール	40
エチレンジアミン四酢酸銅	2.6
スルホラン**	600
アセチルエタノールアミン***	640
ブチルカルビトール	480
PROJET MAGENTA 1T 色料****	1316
PROJET RED OAM 色料*****	286.8
ロールミル30分間	

46

\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*\*75wt.%のアセチルエタノールアミン及び25wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*\*10wt.%の色料固体及び90wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*\*\*10wt.%の色料固体及び90wt.%の水を含む水溶液

【0109】得られたインクは、1.2ミクロンのメンテックフィルタによって1平方インチ当たり20ポンドで濾過された。

【0110】こうして調製された100重量部のインクへ、9重量部の261 RV カチオンポリマー及び8重量部の塩化リチウムが添加された。得られたインク組成物はヒューレットパッカード1600インクジェットプリンタに組み込まれ、ゼロックスイメージシリーズエリート紙上へ噴射された。得られた画像は、光学濃度が1.04であり、70グラムの圧力下湿ったフェルト先端を用い

てこすられたフルトーン区域に隣接する未印刷領域上のスマア領域の光学濃度から紙の背景の光学濃度を差し引いた値として測定されるウェットスマアが0.012±0.004であった。

#### 【0111】実施例XVIIId

30 シアンインク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

【0112】

【表22】

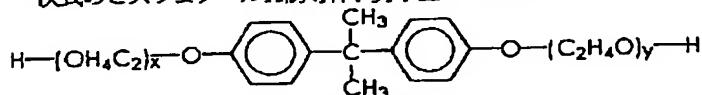
(25)

47

成分	量(グラム)
脱イオン水	1059.8
DOWICIL 150/200 総生物剤	4
ポリエチレンオキシド	2
イミダゾール	40
エチレンジアミン四酢酸	2.6
スルホラン*	600
アセチルエタノールアミン**	640
ブチルカルビトール	480
PROJET CYAN 1 染料***	600
PROJET BLUE DAB (酸性青色9号) 染料****	571.6
ロールミル30分間	

48

\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*95wt%のスルホラン及び5wt%の水を含む

\*\*\*75wt%のアセチルエタノールアミン及び25wt%の水を含む水溶液

\*\*\*\*10wt%の染料固体及び90wt%の水を含む水溶液

\*\*\*\*\*10wt%の染料固体及び90wt%の水を含む水溶液

【0113】得られたインクは、1.2ミクロンのメンテックフィルタによって1平方インチ当たり20ポンドで濾過された。

【0114】こうして調製された100重量部のインクへ、8重量部の261 RV カチオンポリマー及び7重量部の塩化リチウムが添加された。得られたインク組成物はヒューレットパッカード1600インクジェットプリンタに組み込まれ、ゼロックスイメージシリーズエリート紙上へ噴射された。得られた画像は、光学濃度が1.18であり、70グラムの圧力下湿ったフェルト先端を用い

てこすられたフルトーン区域に隣接する未印刷領域上のスマア領域の光学濃度から紙の背景の光学濃度を差し引いた値として測定されるウェットスマアが0.028±0.009であった。

#### 【0115】実施例XVIII

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

#### 【0116】

【表23】

(26)

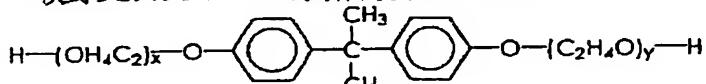
49

50

成分	量(グラム)
脱イオン水	52.98
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	2
エチレンジアミン四酢酸	0.13
エチレンジアミン二塩酸塩	1.0
スルホラン*	12.6
ポリエチレンオキシド**	0.1
DOWICIL 150/200 殺生物剤	0.2
尿素	2.0
トリプロピレングリコールモノメチルエーテル (DOWANOL TPM)	2.0
TRITON X-100界面活性剤	2
VARIKEM 110 ポリマー***	2.0
PROJET BLUE OAM 染料(酸性青色9号)****	6.0
ロールミル30分間	

\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*\*40wt.%のポリマーを水中に含む水溶液

\*\*\*\*10wt.%の染料固体を水中に含む水溶液

【0117】インクは、0.45ミクロンのメンテックフィルタによって1平方インチ当たり2ポンドで1分間にわたって濾過された。得られたインクは、25℃の粘度が3.37センチポアズ、25℃のpHが6.87、表面張力が32.3 dyn/cm、導電率が33.5ミリmh<sup>o</sup>であった。

【0118】こうして調製されたインク組成物は、ヒューレット-パッカード1600インクジェットプリンタに組み込まれ、ゼロックスイメージシリーズエリート紙上へ噴射された。得られた画像は、光学濃度が1.19であり、攪拌しながら5分間水中に浸漬した後の光学濃度を

30 浸漬前の光学濃度と比較した割合として計算される耐水性が90パーセントであり、70グラムの圧力下湿ったフェルト先端を用いてこすられたフルトーン区域に隣接する未印刷領域上のスマア領域の光学濃度から紙の背景の光学濃度を差し引いた値として測定されるウェットスマアが0.02であった。

#### 【0119】実施例XIX

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

#### 【0120】

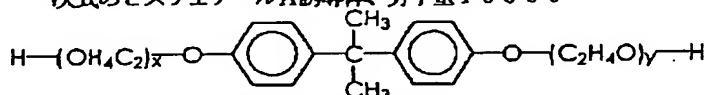
【表24】

(27)

51

成分	量(グラム)
脱イオン水	30.52
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	4
エチレンジアミン四酢酸	0.24
エチレンジアミン二塩酸塩	10
スルホラン*	12.6
ポリエチレンオキシド**	0.1
DOWICIL 150/200 殺生物剤	0.2
尿素	20
トリプロピレングリコールモノメチルエーテル (DOWANOL TPM)	20
TRITON X-100界面活性剤	2
VARIKEM 110 ポリマー***	20
PROJET RED QAM染料****	14.34
DUASYN BRILLIANT RED F3B SF VP 218 (反応赤色180号)*****	66
ロールミル30分間	

\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む  
\*\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*\*40wt.%のポリマーを水中に含む水溶液

\*\*\*\*10wt.%の染料固体を水中に含む水溶液

\*\*\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

【0121】インクは、0.2ミクロン、47ミリメートルのバーサポア(Versapore)-1200フィルタによって1平方インチ当たり60ポンドで6分36秒間にわたって濾過された。得られたインクは、25℃の粘度が3.36センチポアズ、25℃のpHが7.00、表面張力が32.1 dyn/cm、導電率が34.8ミリmhoであった。

【0122】こうして調製されたインク組成物は、ヒューレットパッカード1600インクジェットプリンタに組み込まれ、ゼロックスイメージシリーズエリート紙上へ噴射された。得られた画像は、光学濃度が1.01であり、攪拌しながら5分間に水に浸漬した後の光学濃度を

30 浸漬前の光学濃度と比較した割合として計算される耐水性が91パーセントであり、70グラムの圧力下湿ったフェルト先端を用いてこすられたフルトーン区域に隣接する未印刷領域上のスマア領域の光学濃度から紙の背景の光学濃度を差し引いた値として測定されるウェットスマアが0であった。

#### 【0123】実施例XX

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

#### 【0124】

【表25】

(28)

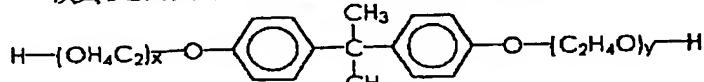
53

54

成分	量(グラム)
脱イオン水	32.98
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	2
エチレンジアミン四酢酸	0.13
エチレンジアミン二塩酸塩	10
スルホラン*	12.6
ポリエチレンオキシド**	0.1
DOWICIL 150/200 粒生物剤	0.2
尿素	20
トリプロピレングリコールモノメチルエーテル (DOWANOL TPM)	20
TRITON X-100界面活性剤	2
VARIKEM 110 ポリマー***	20
PROJET YELLOW OAM 染料****	80
ロールミル30分間	

\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*\*40wt.%のポリマーを水中に含む水溶液

\*\*\*\*7.5wt.%の染料及び92.5wt.%の水を含む水溶液

【0125】インクは、0.45ミクロンのメンテックフィルタによって1平方インチ当たり2ポンドで1分間にわたって濾過された。得られたインクは、25℃の粘度が3.37センチポアズ、25℃のpHが6.96、表面張力が32.2 dyn/cm、導電率が35.2ミリmh。であった。

【0126】こうして調製されたインク組成物は、ヒューレットパッカード1600インクジェットプリンタに組み込まれ、ゼロックスイメージシリーズエリート紙上へ噴射された。得られた画像は、光学濃度が0.83であり、攪拌しながら5分間に水に浸漬した後の光学濃度を

浸漬前の光学濃度と比較した割合として計算される耐水性が84パーセントであり、70グラムの圧力下湿ったフェルト先端を用いてこすられたフルトーン区域に隣接する未印刷領域上のスマア領域の光学濃度から紙の背景の光学濃度を差し引いた値として測定されるウェットスマアが0.01であった。

#### 【0127】実施例XXI

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

#### 【0128】

【表26】

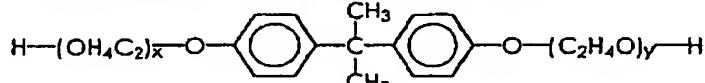
(29)

55

56

成分	量(グラム)
脱イオン水	1. 35
イミダゾール	1
エチレンジアミン四酢酸	0. 1
ポリエチレンオキシド*	0. 05
DOWICIL 150/200 殺生物剤	0. 1
ホルムアミド	3. 5
トリプロビレングリコールモノメチルエーテル (DOWANOL, TPM )	1. 0
PROJET YELLOW OAM 染料**	34. 4
VARIKEM 110 ポリマー***	1. 0
塩化カルシウム二水和物	8
ロールミル30分間	

\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*7.5wt.% の染料及び92.5wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*40wt.%のポリマーを水中に含む水溶液

【0129】インクは、0.2ミクロン、47ミリメートルのゲルマンナイラフローフィルタによって1平方インチ当たり40ポンドで滤過された。得られたインクは、25℃の粘度が4.66センチボアズ、25℃のpHが7.9、表面張力が42.8 dyn/cm、導電率が34ミリmhoであった。

【0130】こうして調製されたインク組成物はヒューレットパッカード1600インクジェットプリンタに組み込まれ、ゼロックスイメージシリーズエリート紙上へ噴

射された。得られた画像は光学濃度が0.85であり、攪拌しながら5分間に浸漬した後の光学濃度を浸漬前の光学濃度と比較した割合として計算される耐水性が77パーセントであった。

#### 【0131】実施例XXIIa

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

#### 【0132】

【表27】

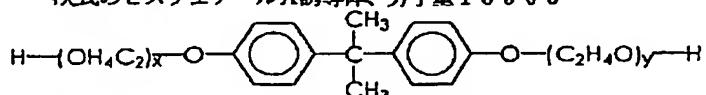
(30)

57

58

成分	量(グラム)
脱イオン水	13.75
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	2
エチレンジアミン四酢酸	0.1
臭化アンモニウム	10
<b>pH=8.28</b>	
ポリエチレンオキシド*	0.05
DOWICIL 150/200 教生物剤	0.1
スルホラン**	6.3
尿素	20
VARIKEM 110 ポリマー***	1.5
TRITON X-100界面活性剤	0.44
<b>pH=8.51</b>	
DUASYN BRILLIANT YELLOW GL-SF VP 220染料****	10.4
DUASYN BRILLIANT RED F3B SF VP 218 (反応赤色180号) 染料****	7.3
PROJET CYAN 1 *****	14.6
ロールミル30分間	

\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*\*40wt.%のポリマーを水中に含む水溶液

\*\*\*\*20wt.%の染料及び80wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*\*\*20wt.%の染料及び80wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

【0133】インクは、0.45ミクロンのメンテックフィルタによって1平方インチ当たり10ポンドで30秒間にわたって濾過された。得られたインクは、25℃の粘度が2.77センチボアズ、25℃のpHが7.51、表面張力が32.1 dyn/cm、導電率が43.7 mhoであった。得られた画像は光学濃度が1.24であり、攪拌しながら5分間水中に浸漬した後の光学濃度<sup>40</sup>を浸漬前の光学濃度と比較した割合として計算される耐水性が93パーセントであり、70グラムの圧力下湿つ

たフェルト先端を用いてこすられたフルトーン区域に隣接する未印刷領域上のスミア領域の光学濃度から紙の背景の光学濃度を差し引いた値として測定されるウェットスミアが0.02であった。

#### 【0134】実施例XIIb

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

#### 【0135】

【表28】

(31)

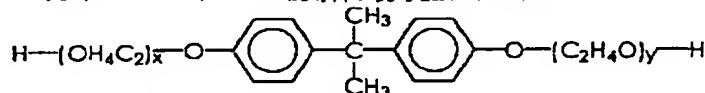
59

60

成分	量(グラム)
脱イオン水	16.25
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	0.15
エチレンジアミン四酢酸	0.125
塩化アンモニウム	2.5
スルホラン*	3.15
ポリエチレンオキシド**	0.025
DOWICIL 150/200殺生物剤	0.05
尿素	7.5
ブチルカルピトール	1
TRITON X-100界面活性剤	0.5
VARIKEM 110 ポリマー***	3.75
PROJET BLUE OAM (酸性青色9号)染料****	1.5
ロールミル30分間	

\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*\*40wt.%のポリマーを水中に含む水溶液

\*\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

【0136】インクは、1.2ミクロンのメンテックフイルタによって1平方インチ当たり3ポンドで濾過された。得られたインクは、25°Cの粘度が2.13センチポアズ、22°CのpHが7.38、表面張力が32.6<sup>30</sup>dyn/cm、導電率が58.7ミリmhoであった。得られた画像は光学濃度が1.23であり、攪拌しながら5分間水中に浸漬した後の光学濃度を浸漬前の光学濃度と比較した割合として計算される耐水性が60パーセントであり、70グラムの圧力下湿ったフェルト先端を用いて

こすられたフルトーン区域に隣接する未印刷領域上のスマ領域の光学濃度から紙の背景の光学濃度を差し引いた値として測定されるウェットスマが0.05であつた。

#### 【0137】実施例XIII

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

#### 【0138】

【表29】

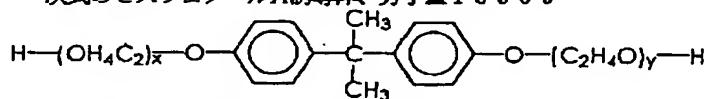
(32)

61

62

成分	量(グラム)
脱イオン水	16.75
イミダゾール	1
エチレンジアミン四酢酸	0.1
ポリエチレンオキシド*	0.05
DOWICIL 150/200 粘度剤	0.1
ホルムアミド	3.5
トリプロピレングリコールモノメチルエーテル (DOWANOL TPM)	1.0
PROJET BLUE OAM (酸性青色9号) 染料**	2.5
VARIKEM 110 ポリマー***	1.0
臭化カリウム	2
ロールミル30分間	

\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*40wt.%のポリマーを水中に含む水溶液

【0139】インクは、0.2ミクロン、47ミリメートルのゲルマンナイラフローフィルタによって1平方インチ当たり40ポンドで濾過された。得られたインクは、25°Cの粘度が2.92センチボアズ、25°CのpHが8.24、表面張力が44.2 dyn/cm、導電率が17.1ミリmhoであった。

【0140】こうして調製されたインク組成物はヒューレットパッカード1600インクジェットプリンタに組み込まれ、ゼロックスイメージシリーズエリート紙上へ噴

射された。得られた画像は光学濃度が1.19であり、攪拌しながら5分間に浸漬した後の光学濃度を浸漬前の光学濃度と比較した割合として計算される耐水性が85パーセントであった。

#### 【0141】実施例XXIV

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

#### 【0142】

【表30】

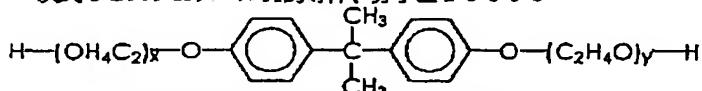
(33)

63

64

成分	量(グラム)
脱イオン水	25. 35
イミダゾール	1
エチレンジアミン四酢酸	0. 1
ポリエチレンオキシド*	0. 05
DOWICIL 150/200 殺生物剤	0. 1
ジプロピレングリコール	11
トリプロピレングリコールモノメチルエーテル (DOWANOL TPM)	10
PROJET YELLOW OAM (酸性黄色23号) 染料**	34. 4
VARIKEM 110 ポリマー***	10
臭化ヘキサメトニウム水和物	8
ロールミル30分間	

\*次式のビスフェノールA誘導体 分子量18500



\*\*7.5wt.% の染料及び92.5wt.% の水を含む水溶液

\*\*\*40wt.% のポリマーを水中に含む水溶液

【0143】インクは、0.2ミクロン、47ミリメートルのゲルマンナイラフローフィルタによって1平方インチ当たり40ポンドで濾過された。得られたインクは、25°Cの粘度が4.21センチボアズ、25°CのpHが8.08、表面張力が40.5 dyn/cm、導電率が17.4ミリmhoであった。

【0144】こうして調製されたインク組成物はヒューレットパッカード1600インクジェットプリンタに組み込まれ、ゼロックスイメージシリーズエリート紙上へ噴

射された。得られた画像は光学濃度が0.84であり、攪拌しながら5分間水中に浸漬した後の光学濃度を浸漬前の光学濃度と比較した割合として計算される耐水性が77パーセントであった。

#### 【0145】実施例XXV

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

#### 【0146】

【表31】

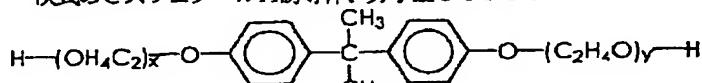
(34)

65

成分	量(グラム)
脱イオン水	55.35
1,3,5-トリメチルヘキサヒドロ-1,3,5-トリアジン	1
エチレンジアミン四酢酸	2.5
ポリエチレンオキシド*	0.05
DOWICIL 150/200 殺生物剤	0.1
リチウムアセチルアセトナート	8
トリプロピレングリコールモノメチルエーテル(DOWANOL TPM)	10
尿素	20
TRITON X-100	1
VARIKEM 110 ポリマー**	9
DUASYN ACID YELLOW XX-SF VP 413 ***	3
ロールミル30分間	

66

\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*7.5wt.%の染料及び92.5wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*100wt.%の染料固体として供給される染料

【0147】インクは、1.2ミクロンのバーサボア-1 200 フィルタによって1平方インチ当たり20ポンドで 20秒間にわたって濾過された。得られたインクは、2 5℃の粘度が3.37センチボアズ、25℃のpHが 9.47、表面張力が33.4dyn/cm、導電率が1 7.6ミリmhoであった。得られた画像は光学濃度が 0.90であり、攪拌しながら5分間水中に浸漬した後の光学濃度を浸漬前の光学濃度と比較した割合として計算される耐水性が75パーセントであり、70グラムの

圧力下湿ったフェルト先端を用いてこすられたフルトン区域に隣接する未印刷領域上のスミア領域の光学濃度から紙の背景の光学濃度を差し引いた値として測定されるウェットスミアが0.02であった。

#### 【0148】実施例XXV1

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

#### 【0149】

【表32】

(35)

67

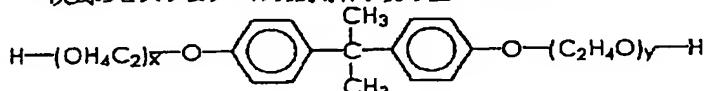
68

成分	量(グラム)
脱イオン水	61.9
水酸化テトラメチルアンモニウム*	5.1
スクアリン酸** (squalic acid)	1.3
1,3,5-トリメチルヘキサヒドロ-1,3,5-トリアジン	0.9
エチレンジアミン四酢酸	0.05
ポリエチレンオキシド***	0.05
DOWICIL 150/200 敷生物剤	0.1
スルホラン****	15.8
TRITON X-100	1
VARIKEM 110 ポリマー*****	9
フルオレセイン、ナトリウム塩*****	1
PROJET RED OAM染料*****	2.8
追加の脱イオン水	1
ロールミル30分間	

\*7.3 wt.%の水酸化テトラメチルアンモニウムを含む水溶液

\*\*7.3 wt.%のスクアリン酸を含む水溶液

\*\*\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*\*\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*\*\*\*40wt.%のポリマーを水中に含む水溶液

\*\*\*\*\*70wt.%の染料及び30wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

【0150】インクは、0.2ミクロン、47ミリメートルのゲルマンナイラフローフィルタによって1平方インチ当たり20ポンドで濾過された。得られたインクは、25°Cの粘度が1.87センチボアズ、25°CのpHが7.26、表面張力が33.6 dyn/cm、導電率が19.5ミリmhoであった。得られた蛍光画像は、光学濃度が0.89マゼンタ及び0.82黄色であり、攪拌しながら5分間に浸漬した後の光学濃度を浸漬前の光学濃度と比較した割合として計算される耐水性が85パーセントであり、70グラムの圧力下湿ったフェルト

先端を用いてこすられたフルトーン区域に隣接する未印刷領域上のスミア領域の光学濃度から紙の背景の光学濃度を差し引いた値として測定されるウェットスミアが0.02であった。

#### 【0151】実施例XXVII

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

#### 【0152】

【表33】

(36)

69

70

成分	量(グラム)
脱イオン水	34
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	1
エチレンジアミン四酢酸	1
塩化コリン	14
DOWICIL 150/200 殺生物剤	0.2
トリプロビレングリコールモノメチルエーテル (DOWANOL TPM)	20
スルホラン*	21
VARIKEM 110 ポリマー**	40
PROJET YELLOW OAM (酸性黄色23号) 染料***	68.8
ロールミル30分間	

\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*40wt.%のポリマーを水中に含む水溶液

\*\*\*7.5wt.%の染料及び92.5wt.%の水を含む水溶液

【0153】インクは、0.2ミクロン、47ミリメートルのゲルマンナイラフローフィルタによって1平方インチ当たり20ポンドで滤過された。得られたインクは、25℃の粘度が4.07センチボアズ、25℃のpHが7.25、表面張力が38.7 dyn/cm、導電率が29.9ミリmhoであった。得られた画像は光学濃度が0.88であり、攪拌しながら5分間に水に浸漬した後の光学濃度を浸漬前の光学濃度と比較した割合として計算される耐水性が90パーセントであり、70グラムの圧力下湿ったフェルト先端を用いてこすられたフルトン区域に隣接する未印刷領域上のスミア領域の光学濃度から紙の背景の光学濃度を差し引いた値として測定されるウェットスミアが0.01であった。こうして調製されたインクは5時間60℃に加熱され、その後、インクのpHは7.08であった。比較のために、塩化コリンの代わりに塩化アンモニウムを用いた点を除いて同様の

20 インクが調製された(実施例XVのインク)。5時間60℃に加熱した後、塩化アンモニウムを含むインクのpHは6.25であった。特定の理論に制限されないが、塩化アンモニウム及びフリーのアンモニア及び塩酸の間の平衡が、アンモニアが塩酸よりも優先的に溶液から逃げることを可能にすると考えられる。第4級のハロゲン化コリンでは同等の平衡が存在しないので、同等のプロセスは発生しない。塩化コリン含有インクのpHの僅かな降下はインク中に二酸化炭素が溶解した結果であると考えられ、二酸化炭素はその後炭酸に変わり、pHを僅かに低下させる。

#### 【0154】実施例XXVIII

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

#### 【0155】

【表34】

(37)

71

72

成分	量(グラム)
脱イオン水	17.25
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	0.5
エチレンジアミン四酢酸	0.25
塩化アンモニウム	7
DOWICIL 150/200 素生物剤	0.1
トリプロビレングリコールモノメチルエーテル (DOWANOL TPM)	10
スルホラン*	10.5
VARIKEM 110 ポリマー**	20
PROJET YELLOW OAH (酸性黄色23号) 染料***	34.4
ロールミル30分間	

\*95wt.%のスルホラン及び5wt.%の水を含む

\*\*40wt.%のポリマーを水中に含む水溶液

\*\*\*7.5wt.%の染料及び92.5wt.%の水を含む水溶液

【0156】インクは、0.2ミクロン、47ミリメートルのゲルマンナイラフローフィルタによって1平方センチ当たり20ポンドで濾過された。得られたインクは、25°Cの粘度が3.61センチポアズ、25°CのpHが7.41、表面張力が40.2 dyn/cm、導電率が77.7ミリmhoであった。得られた画像は光学濃度が0.87であり、攪拌しながら5分間水中に浸漬した後の光学濃度を浸漬前の光学濃度と比較した割合として計算される耐水性が90パーセントであり、70グラムの

圧力下湿ったフェルト先端を用いてこすられたフルトン区域に隣接する未印刷領域上のスミア領域の光学濃度から紙の背景の光学濃度を差し引いた値として測定されるウェットスミアが0.01であった。

#### 【0157】実施例XXIX

インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

#### 【0158】

【表35】

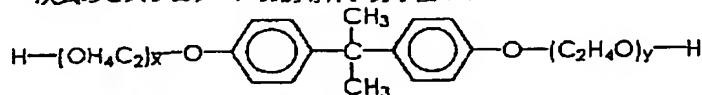
(38)

73

74

成分	量(グラム)
脱イオン水	88
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	0.5
エチレンジアミン四酢酸	0.35
臭化カリウム	8
ポリエチレンオキシド*	0.05
DOWICIL 150/200 殺生剤	0.1
ブチルカルビトール	3
尿素	10
トリプロピレングリコールモノメチルエーテル (DOWANOL TPM)	10
VARIKEM 110 ポリマー**	5
PROJET BLUE OAM (酸性青色9号) 染料***	20
PROJET CYAN 1 ****	5
ロールミル30分間	

\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*40wt.%のポリマーを水中に含む水溶液

\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

【0159】インクは、0.2ミクリン、47ミリメートルのゲルマンナイラフローフィルタによって1平方センチ当たり60ポンドで濾過された。得られたインクは、25°Cの粘度が2.52センチボアズであり、25°CのpHが7.60であった。インク中の臭化カリウムの相対量が16重量パーセントである点を除いて同様の組成のインクは、25°Cで2.50センチボアズの粘度

を示した。

【0160】実施例XXX

30 インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

【0161】【表36】

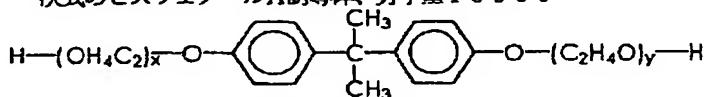
(39)

75

成分	量(グラム)
脱イオン水	38
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	0.5
エチレンジアミン四酢酸	0.35
臭化ナトリウム	8
ポリエチレンオキシド*	0.05
DOWICIL 150/200 殺生物剤	0.1
ブチルカルビトール	3
尿素	10
トリプロピレングリコールモノメチルエーテル (DOWANOL TPM)	10
VARIKEM 110 ポリマー**	5
PROJET BLUE QAM (酸性青色9号) 染料***	20
PROJET CYAN 1 ****	5
ロールミル30分間	

76

\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*40wt.%のポリマーを水中に含む水溶液

\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

【0162】インクは、0.2ミクリロン、4.7ミリメートルのゲルマンナイラフローフィルタによって1平方センチ当たり60ポンドで濾過された。得られたインクは、25℃の粘度が2.82センチポアズであり、25℃のpHが7.36であった。インク中の臭化ナトリウムの相対量が16重量パーセントである点を除いて同様の組成のインクは、25℃で3.11センチポアズの粘

度を示した。

## 【0163】実施例XXXI

30 インク組成物は、次の成分の単純混合によって調製された。

## 【0164】

【表37】

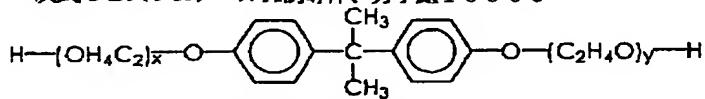
(40)

77

78

成分	量(グラム)
脱イオン水	38
トリス(ヒドロキシメチル)アミノメタン	0.5
エチレンジアミン四酢酸	0.35
臭化リチウム	8
ポリエチレンオキシド*	0.05
DOWICIL 150/200 殺生物剤	0.1
ブチルカルピトール	3
尿素	10
トリプロピレングリコールモノメチルエーテル (DOWANOL TPM)	10
VARIKEN 110 ポリマー**	5
PROJET BLUE OAM (酸性青色9号)染料***	20
PROJET CYAN 1 ****	5
ロールミル30分間	

\*次式のビスフェノールA誘導体、分子量18500



\*\*40wt.%のポリマーを水中に含む水溶液

\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

\*\*\*\*10wt.%の染料及び90wt.%の水を含む水溶液

【0165】インクは、0.2ミクリン、47ミリメートルのゲルマンナイラフローフィルタによって1平方インチ当たり60ポンドで濾過された。得られたインクは、25℃の粘度が3.17センチボアズであり、25

℃のpHが7.24であった。インク中の臭化リチウムの相対量が16重量パーセントである点を除いて同様の組成のインクは、25℃で3.70センチボアズの粘度を示した。

## フロントページの続き

(72)発明者 ルイス エー. サンチェス  
アメリカ合衆国 14450 ニューヨーク州  
フェアポート グレイト ガーランド  
ライズ 12  
(72)発明者 リチャード エル. コルト  
アメリカ合衆国 14613 ニューヨーク州  
ロチェスター オウガスティン ストリート 378

(72)発明者 モーラ エー. スウェニー  
アメリカ合衆国 14617 ニューヨーク州  
ロチェスター ノブ ヒル 135  
(72)発明者 ウィリアム エム. シュワルツ  
アメリカ合衆国 14580 ニューヨーク州  
ウェブスター サウスボロ ドライブ  
274

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**